

(285) 酸化剤溶解法による鋼中の窒素迅速定量法

大同製鋼・中央研究所

○佐藤昭喜， 館 要

1. まえがき

鋼中窒素分析の迅速化をはかるため、磁裂るつぼ中で試料と酸化剤とをアルゴン気流中で加熱溶解し抽出した窒素ガスを熱伝導の変化量として測定する方式¹⁾の鋼中窒素分析装置を組立て、種々検討を行い、ほぼ満足すべき分析条件を確立することができたので、その概要について報告する。

2. 装置および分析方法

装置：装置は高周波誘導加熱抽出炉、抽出ガス分離部および熱伝導度検出器からなり、これらを順に連結したものである。

分析方法：磁裂るつぼに切削試料1g、四三酸化鉛5gをはかりとり、これを加熱抽出炉の反応管内に挿入する。るつぼ内および反応管内の窒素がアルゴンガスで置換されたのち、高周波発振器のスイッチを入れ、燃焼が最も激しくなつたとす抽出ガスが抽出ガス分離部—熱伝導度検出器に流れるようにコックを操作する。抽出ガス中の窒素ガス量は熱伝導度検出器の記録計に記録された窒素のピーク面積を測定し、あらかじめ作成した検量線より鋼中の窒素含有率を求める。

3. 検討結果

- (1) 反応管の形状として試料の出し入れが比較的容易であること、空気侵入を防止するため試料挿入口の密閉が容易であることを考慮して形状を決定した。
- (2) 酸化剤数種について比較検討した。試料の酸化溶解が完全でかつ酸化溶解に時間的むらがないこと、および試料や酸化剤の飛散が少ないことを条件に試料1gにつき四三酸化鉛5gを使用することにした。
- (3) 反応管に送入するアルゴンガス流量は試料挿入時の窒素置換が短く、かつ反応管内容積の2倍以上を目標として600 ml/min以上とした。また抽出ガス分離部—熱伝導度検出器に送るアルゴンガス流量は、窒素検出時間が短いこと、ピーク面積測定が容易な形状になること、および検出感度が高いことなどから400 ml/minを採用することにした。
- (4) 窒素のピーク面積測定が容易なピーク形状を画かせるため、アルゴンガスの流通方法について検討した。その結果反応管に送入するアルゴンガスの全量が大気へ放出され、反応管内のアルゴンガスが流通しないような状態で試料の加熱溶解を開始し、試料の酸化溶解が最も激しい時期（目視で容易に判断可能）にアルゴンガスが抽出ガス分離部—熱伝導度検出器側に通すことによつてピーク先端が鋭角で半値巾法で容易に面積測定が可能でピーク形状を得ることができた。
- (5) 検量線は窒素ガスと社内標準鋼試料を用いて作成した。その結果を図1に示す。検量線はよい直線性を示し、両者よく一致した値を示した。また実際試料の分析を行なつたところ、本法と化学分析法による値とはよい一致を示した。
- (6) 本法の分析所要時間は10分以内であり、迅速分析法として実用可能であることを確認するとともに日常分析に適用し、鋼中窒素分析の能率向上をはかることができた。

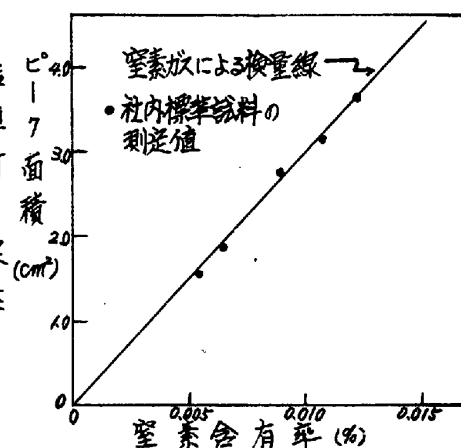


図1 検量線

文献 1) 神森, 山口: 19年 8578